

# ***MEDICIONES NECESARIAS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE LOS BIOCOMBUSTIBLES***



*Aseguramiento de la  
Calidad de los  
Biocombustibles.  
Laboratorio de Refinación  
ANCAP*



# Biocombustibles



- En el año 2005 el Gobierno Nacional decidió que era necesario comenzar a producir etanol y biodiesel con materias primas nacionales para diversificar la matriz energética ya que el país tenía una altísima dependencia de la importación de petróleo para la generación de energía.
- El marco legal para lograr este cambio lo rige la Ley de Agrocombustibles 18.195, donde se incorporan el biodiesel y el etanol carburante.

# Incorporación de Biocombustibles

Este marco legal implica que ANCAP

- debe mezclar biodiesel y etanol con gas oil y gasolina respectivamente
- debe controlar que ambos biocombustibles utilizados en las mezclas cumplan con las especificaciones de calidad de la normativa UNIT.
- Ese producto final debe llegar a los consumidores en general.

**ANCAP ha debido introducir estos biocombustibles en su sistema operativo e implementar los controles de calidad necesarios para asegurar la calidad de estos productos y de la mezcla final.**

# NORMA UNIT 1100- BIODIESEL

Propiedad			Especificaciones	
	Método	Referencias	mín.	máx
Contenido ésteres totales, g/100g	UNIT 1132:2007	EN 14103	96,5	-
Densidad a 20°C,Kg/m3	UNIT 1140:2008	ASTM D 4052-96	850	900
Viscosidad a 40°C, Cst	UNIT-ISO 3104:1996	ISO 3104, ASTM D445	3,0	6
Número de cetano	UNIT-ISO 5165:1998	ASTM D613	-	45
Punto de inflamación, °C	UNIT 1169:2009	ISO 3679, ASTM D93	100	-
Contenido de azufre (total),mg7Kg	UNIT-ISO 20846:2004	ISO 20846:20 04,D 5453-08b	-	10
Residuo de carbón,g/100g	UNIT-ISO 6615:1996- UNIT-ISO 10370:1993	ISO 6615,ASTM D189, ASTM D4530, ISO10370	-	0,05

# NORMA UNIT 1100 - BIODIESEL

Propiedad			Especificaciones	
	Método	Referencias	mín.	máx
Contenido cenizas sulfatadas,g/100g	UNIT-ISO 3987:1994	ISO3987,ASTM D 874	-	0,02
Contenido agua y sedimentos,%v/v	UNIT 1139:2008	ASTM D2709	-	0,05
Contenido agua (Karl Fischer),mg/Kg	UNIT-ISO 12937:2000	ISO 12937(transc ripción)	-	500
Corrosión tira cobre (3h. 50°C)	UNIT-ISO 2160:1998	ISO 2160,ASTM D130	-	Clase 1
Estabilidad oxidación 110°C,horas	UNIT1135:2007	EN 14112	6,0	-
Indice de acidez mgKOH/g	UNIT 1136:2007	EN 14104, ASTM D664	-	0,5
Ester acido linolénico,g/100g	UNIT 1132:2007	EN 14103	-	12,0
Esteres poli-insaturados (>= 4 dobles enlaces)			-	1,0

# NORMA UNIT 1100- BIODIESEL

Propiedad			Especificaciones	
	Método	Referencias	mín.	máx
Punto taponamiento filtro en frío CFPP (°C)	UNIT 1149:2009	EN 116, ASTM D6371	Informar	
Contenido sodio + potasio	UNIT 1154:2008	EN 14108,EN14109,NBR15546	-	5
Contenido calcio + magnesio	UNIT 1154:2008	EN 14108,EN14109,NBR15546	-	5
Contenido de fósforo (mg/kg)	UNIT 1156:2008	EN 14107,ASTM D4951	-	10

# NORMA UNIT 1100- BIODIESEL

Propiedad			Especificaciones	
	Método	Referencias	mín.	máx
Contenido de metanol o etanol libre	UNIT 1165:2009	EN 14110	-	0,20
Contenido de mono glicéridos	UNIT1133:2007	EN1410, ASTM D6584	-	0,80
Contenido de di glicéridos			-	0,20
Contenido de triglicéridos			-	0,20
Glicerol libre	UNIT 1133:2007,U NIT1134:2007	EN 14105,ASTM D6584,EN 14106	-	0,02
Glicerol total	UNIT1133:2007	EN 14105, ASTM D6584	-	0,25
Punto de enturbamiento (°C)	UNIT-ISO 3015:1992	ASTM D2500	Informar	

# NORMA UNIT 1122- ETANOL ANHIDRO

Propiedad			Especificaciones	
	Método	Referencia	Mín.	Máx.
Grado alcohólico,%vol/vol	UNIT 934-2005	-	99,6	-
Etanol, %vol/vol	UNIT 1144:2008	ASTM D 5501-04	99,2	-
Metanol,%vol/vol	UNIT 1144:2008	ASTM D 5501-04	-	0,4
Agua %vol/vol	UNIT 1142:2008,UNIT 1143:2008	ASTM D 1064-05,ASTM D 1364-02	-	0,4
Densidad ,Kg/m3 a 20°C	UNIT 1140:2008,UNIT 1141:2008	ASTM D 4052-96,ASTM D 891-95	-	791,5
Cloruro inorgánico, mg/Kg	P UNII 1172,PUNIT 1173	NBR 10895,ASTM D 7319 y ASTM D 7328,ASTM D512	-	10
Cobre, mg/Kg	PUNIT 1168	NBR 10893	-	0,07
Acidez como ácido acetico ,mg/L	UNIT 1145:2008	EN 15491:2008,ASTM D1613	-	30
pHe	UNIT 1146:2008	EN 15490:2008,ASTM D6423-99	6,5	9,0
Conductividad electrica a 25 °C, uS/m	UNIT 1166:2009	ASTM D 1125-95	-	500
Apariencia	UNIT 1164:2008	ASTM D 4176-04	Límpido y exento de material en suspensión o precipitado	
Color	Visual		Incoloro	



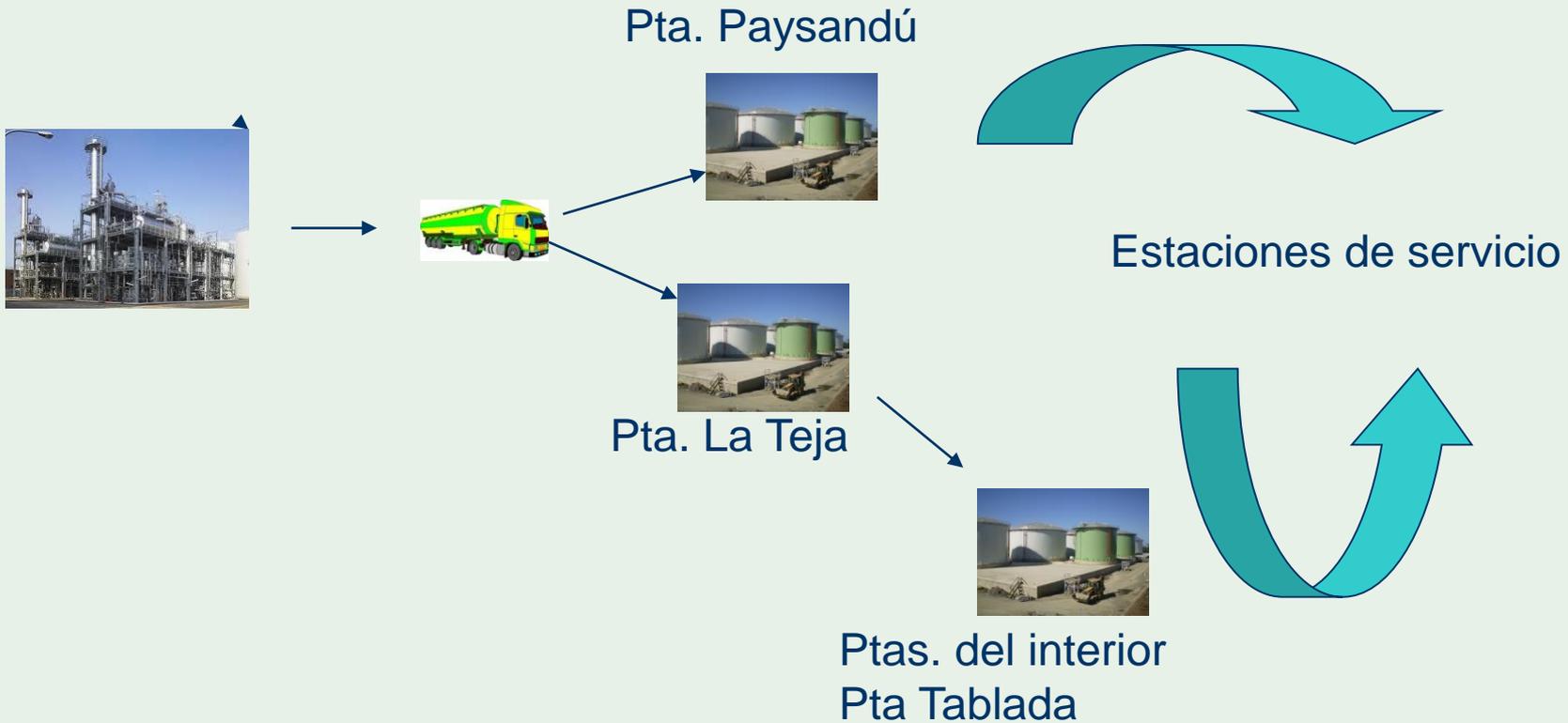
# Procedimientos de Control en la Recepción y en los Tanques finales

- En las distintas etapas del sistema de producción, mezclado y distribución del Biocombustibles, es necesario recoger muestras para realizar ensayos, de manera de verificar la conformidad del producto con sus especificaciones y detectar posibles contaminaciones o degradación del producto.
- A su vez, la incorporación de estos nuevos productos en las Plantas determinó la necesidad de realizar capacitaciones relacionadas con la producción y las propiedades de los biocombustibles con características totalmente diferentes a los combustibles fósiles con los que se estaba habituado a trabajar .

# Elaboración de Procedimientos de Control de Lotes y Recepción de camiones

- Se procedió a elaborar un procedimiento de control para la liberación de lotes de biocombustibles de la Planta de elaboración, así como la emisión de los certificados de calidad correspondientes en acuerdo con los proveedores .
- También se acordaron los controles a realizar en la recepción de los camiones en la Planta de mezclado.
- Se utiliza como referencia normativa para dar la conformidad del producto, las especificaciones y métodos de la norma UNIT 1100, UNIT 1122.

# Control en las Distintas etapas



# Control de Calidad de los Biocombustibles

- El Laboratorio de Refinación debió incorporar los equipos necesarios para realizar los análisis requeridos por las normas que especifican los requisitos de calidad del biodiesel y del etanol puros, previo a ser adicionados a los combustibles..
- Si bien gran parte de los métodos establecidos en las normas UNIT para biodiesel y bioetanol ya estaban implementados en el Laboratorio para otros combustibles, fue necesario incorporar 15 técnicas nuevas para el control de los biocombustibles.

# Sistema de Gestión de Calidad del Laboratorio



- El Laboratorio tiene implementado un Sistema de Gestión de Calidad en el cual se han incluido estos nuevos productos.
- Las técnicas utilizadas para el análisis del biodiesel y el etanol anhidro, están incluidas en el Plan de Calibración, Verificación y Mantenimiento General del Laboratorio, así como en el Control de Equipos utilizados
- El Laboratorio está acreditado por la norma ISO 17025 en varias técnicas incluidas en las especificaciones de los biocombustibles entre otras

# Aseguramiento de la Calidad de los resultados



- A efectos de asegurar la calidad de sus resultados, el Laboratorio entre otras actividades, instrumenta la participación en comparaciones interlaboratorios nacionales e internacionales de los productos que analiza, incluyendo así el biodiesel y etanol.
- Realiza calibraciones de sus equipos en lo posible con organismos acreditados
- Utiliza Material de Referencia Certificado, Material de Referencia no Certificado, Patrones químicos

# Otras actividades relacionadas

- **Acreditación de ISO 17025**
- **Análisis de biodiesel a particulares.**
- **Apoyo Técnico en las reuniones del Grupo ADHOC de Biocombustibles del MERCOSUR en la armonización de las especificaciones.**
- **Estudio del impacto del aumento del agregado de biodiesel en el gas oil**
- **Charlas sobre los nuevos biocombustibles a utilizar por ANCAP en todas las plantas de Distribución.**
- **Capacitación de Profesionales y Técnicos en Biocombustibles (Características, manejo, cuidados, ensayos)**



# Ensayos Interlaboratorios

- El trabajo de Interlaboratorios para biocombustibles comenzó en el año 2010 para: Etanol con INMETRO de Brasil y Biodiesel con Facultad de Química, ALUR-COUSA.
- En el año 2011 se agregan Interlaboratorios con ASTM para Biodiesel.
- En el año 2013 incorpora interlaboratorios de biodiesel con la Agencia Nacional de Petróleo y Biocombustibles de Brasil.



# Calibraciones

- Anualmente el laboratorio emite un Plan de Calibración, Verificación y Mantenimiento de Equipos y Métodos. En dicho Plan se hace referencia a los equipos que son calibrados, frecuencia y método de calibración, material de referencia o patrón usado, quién o quienes efectúan la calibración y responsable(s) del equipo.
- La calibración es efectuada por personal de ANCAP o por un proveedor externo, siempre que estén calificados para hacerlo.

# Calibraciones

- Siempre que sea posible se solicitan servicios de calibración acreditados .
- Equipos a Calibrar: Balanzas, Pesas, Termómetros, Manómetros, Cronómetros, Espectrofotómetros, Décadas de Resistencias, etc
- LATU, Red de Laboratorios Acreditados, Representantes de equipos

# Informe o Certificado de Calibración

En dichos casos la información a registrar debe incluir:

- Descripción e identificación del equipo objeto de calibración
- Fecha de la calibración
- Resultado de la medición o correcciones a aplicar
- Alcance de la calibración: medidas, componentes comprendidos
- Identificación del procedimiento de calibración seguido
- Estándar o material de referencia utilizado
- Trazabilidad de la medición
- Identificación y firma de las personas que realizan la calibración y responsable de garantizar que la información registrada es correcta

# Informe o Certificado de Calibración

Si corresponde, se incluyen los siguientes aspectos:

- Periodo de validez de la calibración
  - Límites de error admitidos (tolerancia, criterio de aceptación)
  - Condiciones ambientales pertinentes y correcciones que sean necesarias
  - Incertidumbres
  - Descripción de operaciones de mantenimiento efectuadas junto con la calibración
  - Limitación en el uso
  - Identificación de origen de cualquier certificado de calibración y otros documentos pertinentes relativos.
- En los casos que se entienda necesario, se exige y adjunta el documento que asegura la trazabilidad a patrones primarios.

# Control de Trazabilidad de las medidas

- **Registro de proveedores de servicios de calibración**

El Responsable de Calidad del Laboratorio mantiene actualizado el Registro de Proveedores de Servicios de Calibración, donde consta:

- Nombre, dirección, teléfono, etc.
- Magnitudes que trabaja
- Competencia para la realización de la tarea (por ej. si se trata de un Laboratorio acreditado, Laboratorio Referencia Nacional, Representante de Fábrica del Equipo, Service Oficial u otro)

# Control de Trazabilidad de las medidas

- **Materiales de Referencia**

- Se mantiene una Lista de Materiales de Referencia actualizada.
- Se utilizan MR, MRC y patrones químicos

Dicha lista permite la identificación de cada patrón, propiedades, purezas, plazo de validez, condiciones de almacenamiento y uso, y referencia a los certificados que permiten su trazabilidad y método en que se utiliza.

# ¿Que necesidades que se plantean para ensayos Interlaboratorios?

- Interlaboratorios regionales de biocombustibles( ANP (Brasil), INMETRO(Brasil), IRAM(Argentina))
- Problemas con el ingreso de las muestras muchas veces nos impiden intervenir en estos Interlaboratorios.
- Lograr acuerdos regionales
- Costos

# Acceso a Materiales de referencia

- Búsqueda de Materiales de Referencia en la Región o Nacionales :
- Disminuir Costos
- Tiempos de recepción del material
- Vigencia del material
- Cantidad

# Mejora Continua

- El Laboratorio en su proceso de mejora continua tiene cada vez mayor necesidad de contar con proveedores de servicio de calibración calificados, de rápida respuesta , así como oferta de Materiales de Referencia de adecuado acceso en tiempos y costos.

A decorative graphic on the left side of the slide, consisting of a light green vertical bar and a dark blue horizontal bar with rounded ends.

**MUCHAS GRACIAS**

Ing. Quím. Rosario Mostazo